

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-81236

(P2001-81236A)

(43) 公開日 平成13年3月27日 (2001.3.27)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 8 K 5/098 5/521 7/16 C 0 8 L 23/00		C 0 8 K 5/098 5/521 7/16 C 0 8 L 23/00	4 J 0 0 2
審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 8 頁)			
(21) 出願番号	特願平11-261282	(71) 出願人	000174541 堺化学工業株式会社 大阪府堺市戎之町西1丁1番23号
(22) 出願日	平成11年9月14日 (1999.9.14)	(72) 発明者	高橋 秀行 大阪府堺市戎島町5丁1番地 堺化学工業株式会社内
		(72) 発明者	阿部 勝 大阪府堺市戎島町5丁1番地 堺化学工業株式会社内
		(74) 代理人	100079120 弁理士 牧野 逸郎
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 顆粒状造核剤組成物とこれを配合してなるポリオレフィン樹脂組成物

## (57) 【要約】

【課題】造核剤のポリオレフィン樹脂への分散性にすぐれ、従って、得られるポリオレフィン樹脂の剛性を改善することができる顆粒状造核剤組成物とこれを配合してなるポリオレフィン樹脂組成物を提供することにある。

【解決手段】造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に上記結着剤を軟化させて顆粒状に粒状化してなる顆粒状造核剤組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とからなる顆粒状造核剤組成物。

【請求項2】造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に上記結着剤を軟化させて顆粒状に粒状化してなる顆粒状造核剤組成物。

【請求項3】造核剤が有機リン酸エステル金属塩及び芳香族カルボン酸金属塩から選ばれる少なくとも1種である請求項1又は2に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項4】有機リン酸エステル金属塩がアルカリ金属塩である請求項3に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項5】有機リン酸エステル金属塩がリチウム塩、カリウム塩又はナトリウム塩である請求項4に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項6】芳香族カルボン酸金属塩がアルカリ金属塩である請求項3に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項7】芳香族カルボン酸金属塩がナトリウム塩である請求項3に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項8】芳香族カルボン酸金属塩がアルミニウム塩である請求項3に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項9】芳香族カルボン酸金属塩が安息香酸金属塩である請求項6から8のいずれかに記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項10】50 $\mu$ mから2mmの範囲の平均粒径を有する請求項1から9のいずれかに記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項11】ポリオレフィン樹脂100重量部に請求項1から10のいずれかに記載の顆粒状造核剤組成物を造核剤換算にて0.005～5重量部を配合してなるポリオレフィン樹脂組成物。

【請求項12】ポリオレフィン樹脂がポリエチレン又はポリプロピレンである請求項11に記載のポリオレフィン樹脂組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、造核剤をポリオレフィン樹脂に均一に分散させることができる顆粒状造核剤組成物とそのような顆粒状造核剤組成物を配合してなるポリオレフィン樹脂組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等のポリオレフィン樹脂は、加熱成形後の結晶化速度が遅いので、成形サイクルの向上や成形物の剛性の改良等を目的として、成形に際して、樹脂に造核剤を配合することは、既に、よく知られている。

【0003】従来、造核剤としては、例えば、垂リン酸

エステルアルカリ金属塩や芳香族カルボン酸金属塩等が知られている。このような造核剤は、通常、粉末であり、特に、ポリオレフィン樹脂に配合する際には、分散性にすぐれるように、微粉末であることが求められている。

【0004】しかしながら、造核剤を微粉末とすれば、二次凝集が起こりやすく、却って、分散性に劣ることとなるほか、作業時に粉塵が発生し、作業環境を悪化させ、粉塵爆発のおそれもある。また、貯蔵時に凝集してケーキングやブロッキングを起こしたり、移送時にブリッジングを起こして、生産性に悪影響を及ぼす問題もある。

【0005】そこで、造核剤に安定剤や溶剤等の添加剤を加え、造核剤の濃度の高いペレットを製造し、これを樹脂に配合することも、既に、提案されている。しかし、このようにペレットに成形した造核剤組成物は、粉塵対策には効果があるものの、分散性は依然として劣るものであり、また、ペレットは、これを製造するための工程が長く、コストアップの原因ともなる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の造核剤の粒状化における上述したような問題を解決するためになされたものであって、造核剤のポリオレフィン樹脂への分散性にすぐれ、従って、得られるポリオレフィン樹脂の剛性を改善することができる顆粒状造核剤組成物とこれを配合してなるポリオレフィン樹脂組成物を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とからなる顆粒状造核剤組成物が提供される。

【0008】特に、本発明によれば、造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に上記結着剤を軟化させて顆粒状に粒状化してなる顆粒状造核剤組成物が提供される。

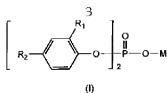
【0009】

【発明の実施の形態】本発明において用いる造核剤は、タルクをはじめ、従来より、一般にポリオレフィン樹脂に造核剤として用いられているものであれば、いずれでもよいが、好ましくは、有機リン酸エステル金属塩及び芳香族カルボン酸金属塩から選ばれる少なくとも1種である。

【0010】本発明において用いる有機リン酸エステル金属塩は、好ましくは、一般式(1)

【0011】

【化1】

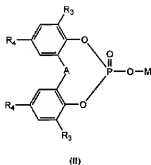


【0012】(式中、R<sub>1</sub> 及びR<sub>2</sub> はそれぞれ水素原子又は炭素数1～9のアルキル基を示し、Mはアルカリ金属を示す。)

又は一般式 (II)

【0013】

【化2】



【0014】(式中、R<sub>3</sub> 及びR<sub>4</sub> はそれぞれ水素原子又は炭素数1～9のアルキル基を示し、Aは炭素数1～5のアルキリデン基を示し、Mはアルカリ金属を示す。)

【0015】上記一般式 (I) 及び (II) で表わされる有機リン酸エステル金属塩において、アルカリ金属Mは、リチウム、カリウム又はナトリウムであることが好ましく、特に、ナトリウムであることが好ましい。

【0016】また、上記一般式 (I) 又は (II) で表わされる有機リン酸エステル金属塩において、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub> 又はR<sub>4</sub> で表わされるアルキル基の具体例としては、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、s-ブチル、t-ブチル、n-オクチル、アミル、t-アミル、ヘキシル、n-ヘプチル、オクチル、イソオクチル、t-オクチル、2-エチルヘキシル、ノニル等を挙げることができる。Aで表わされるアルキリデン基としては、例えば、メチレン基、エチリデン基、プロピリデン基又はブチリデン基を挙げることができる。

【0017】従って、上記一般式 (I) で表わされる有機リン酸エステル金属塩の好ましい具体例として、例えば、ナトリウムビス(4-トープチルフェニル)ホスフェート、ナトリウムビス(4-トーマルフェニル)ホスフェート、ナトリウムビス(4-ト-オクチルフェニル)ホスフェート、ナトリウムビス(2,4-ジ-トープチルフェニル)ホスフェート、リチウムビス(2,4-ジ-トープチルフェニル)ホスフェート等を挙げることができる。

【0018】また、上記一般式 (II) で表わされる有機リン酸エステル金属塩の好ましい具体例として、例え

4

ば、ナトリウム-2,2'-トープチルビス(4-メチル-6-ト-ブチルフェニル)ホスフェート、ナトリウム-2,2'-トープチルビス(4,6-ジ-トープチルフェニル)ホスフェート、リチウム-2,2'-トープチルビス(4,6-ジ-トープチルフェニル)ホスフェート、ナトリウム-2,2'-エチリデンビス(4,6-ジ-トープチルフェニル)ホスフェート、リチウム-2,2'-エチリデンビス(4,6-ジ-トープチルフェニル)ホスフェート等を挙げることができる。

10 【0019】本発明によれば、上記一般式 (I) 又は (II) で表わされる有機リン酸エステル金属塩は、単独で、又は2種以上の混合物として用いられる。本発明において用いる芳香族カルボン酸金属塩は、好ましくは、一般式 (III)

【0020】

【化3】



20

【0021】(式中、R<sub>5</sub> は水素原子、炭素数1～9のアルキル基又は炭素数1～9のアルコキシル基を示し、Mはアルカリ金属又はアルミニウムを示し、nは金属Mの価数を示す。) で表わされる(置換)安息香酸金属塩である。

【0022】上記一般式 (III) で表わされる(置換)安息香酸金属塩において、アルカリ金属Mは、リチウム、カリウム又はナトリウムであることが好ましく、特に、ナトリウムであることが好ましい。

【0023】また、R<sub>5</sub> で表わされるアルキル基の具体例としては、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、s-ブチル、t-ブチル、イソブチル、アミル、t-アミル、ヘキシル、n-ヘプチル、オクチル、イソオクチル、t-オクチル、2-エチルヘキシル、ノニル等を挙げることができ、同様に、R<sub>5</sub> で表わされるアルコキシル基の具体例としては、例えば、上記アルキル基に対応するアルコキシル基を挙げることができる。

【0024】本発明によれば、(置換)安息香酸金属塩はナトリウム塩又はアルミニウム塩であることが好ましく、特に、(置換)安息香酸ナトリウム塩又はアルミニウム塩であることが好ましい。

【0025】従って、上記(置換)安息香酸ナトリウム塩又はアルミニウム塩の好ましい具体例として、例えば、安息香酸、p-トープチル安息香酸、p-メトキシ安息香酸等のナトリウム塩又はアルミニウム塩を挙げることができる。

【0026】本発明によれば、このような造粒剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部が組合

40

50

わせて用いられる。金属石ケン、ポリオレフィン樹脂への造核剤の分散性を高めるのに有用である。造核剤100重量部に対して、金属石ケンの割合が10重量部よりも少ないときは、造核剤のポリオレフィン樹脂への分散性が十分でなく、延いては、剛性にすぐれるポリオレフィン樹脂組成物を得ることができない。他方、造核剤100重量部に対して、金属石ケン100重量部を越えて用いても、造核剤の分散性を更に高めることはない。

【0027】本発明において、上記金属石ケンは、好ましくは、炭素数8〜22の脂肪酸のリチウム、カリウム、ナトリウム等のアルカリ金属塩や、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属塩のほか、アルミニウム塩や亜鉛塩等である。上記脂肪酸は飽和脂肪酸でも不飽和脂肪酸でもよく、また、直鎖状でも分岐鎖状でもよく、また、分子中に水酸基やカルボニル基を有していてもよい。また、その融点は特に限定されるものではないが、本発明に従って、回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に顆粒状に粒状化しやすいように、通常、100〜250℃の範囲にあるものが好ましい。

【0028】従って、このような金属石ケンの具体例として、例えば、2-エチルヘキサノ酸、ラウリン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ペヘニン酸、オレイン酸、リノール酸、リシリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等の上記金属塩を挙げることができる。これらのなかでは、特に、ステアリン酸が好ましい。また、金属塩は、特に、カルシウム塩又はマグネシウム塩が好ましい。

【0029】本発明による顆粒状造核剤組成物は、好ましくは、造核剤100重量部に上記金属石ケン10〜100重量部とこの金属石ケンよりも融点が高い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合することによって、上記結着剤を軟化させて、これら造核剤と金属石ケンと結着剤を顆粒状に粒状化してなる組成物である。

【0030】本発明において、上記結着剤は、このように、造核剤と金属石ケンとをまとめて顆粒状に粒状化するためのものであるから、用いる金属石ケンの融点よりも低い融点を有するものであれば、特に限定されることなく、種々の有機化合物を用いることができるが、しかし、通常、結着剤は、200℃以下の融点、好ましくは、50〜150℃程度の融点を有するものが好ましい。

【0031】従って、このような結着剤として、例えば、高級脂肪酸、高級アルコール、ポリプロピレングリコール、脂肪族アルキルエステル、水酸基を有していてもよい多価カルボン酸及びそのエステル、多価アルコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン高級アルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、脂肪族炭化水素、油脂、高級脂肪酸アミド、ロジン

及びその誘導体等を挙げることができる。

【0032】上記高級脂肪酸としては、例えば、炭素数14〜40、好ましくは、16〜24の飽和又は不飽和の脂肪酸が好ましく、具体例としては、例えば、ステアリン酸、イソステアリン酸、ペヘニン酸、ダイマール酸等を挙げることができる。

【0033】高級アルコールとしては、例えば、炭素数8〜40、好ましくは、16〜24の直鎖状又は分岐鎖状の飽和又は不飽和の脂肪族アルコールが好ましく、具体例として、例えば、ステアリルアルコール、ペヘニルアルコール、2-エチルヘキシルアルコール、2-オクタリルアルコール、2-デシルテトラデカノール等を挙げることができる。

【0034】ポリプロピレングリコールは、分子量400〜7000程度のものが好ましく用いられる。

【0035】脂肪酸アルキルエステルとしては、例えば、炭素数8〜22、好ましくは、14〜18の飽和又は不飽和の脂肪酸と炭素数4〜22の直鎖状又は分岐鎖状の飽和脂肪族アルコールとのエステルが好ましく、具体例としては、例えば、ブチルステアレート、オクチルステアレート等を挙げることができる。

【0036】水酸基を有していてもよい多価カルボン酸及びそのエステルとしては、例えば、水酸基を有していてもよい炭素数2〜18程度のジ、トリ又はテトラカルボン酸等の多価カルボン酸と炭素数2〜22の飽和又は不飽和の脂肪族アルコールとのエステル、特に、モノ、ジ又はトリエステルが好ましい。水酸基を有していてもよい多価カルボン酸の具体例としては、例えば、コハク酸、クエン酸、リンゴ酸、アセチルクエン酸、アジピン酸、セバシン酸、ヘキサヒドロタル酸、ブタンテトラカルボン酸等を挙げることができる。他方、上記炭素数2〜22の飽和又は不飽和の脂肪族アルコールとしては、例えば、ブタノール、2-エチルヘキシルアルコール、イソノニルアルコール、ラウリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、セチルアルコール、ペヘニルアルコール、n-オクチルアルコール等を挙げることができる。

【0037】従って、このような水酸基を有していてもよい多価カルボン酸のエステルの具体例として、例えば、リンゴ酸モノステアリル、クエン酸モノ、ジ又はトリステアリルエステル、アセチルクエン酸トリブチル、2-エチルヘキシルアジベート、n-オクチルアジベート、ジイソノニルアジベート、ラウリルアジベート等を挙げることができる。

【0038】多価アルコール脂肪酸エステルは、全エステルでもよく、部分エステルでもよく、2〜6個の多価アルコールと炭素数8〜22の脂肪酸とのエステルが好ましい。特に、グリセリンと上記脂肪酸とのモノ、ジ又はトリエステルや、これらのアセチル化合物のほか、ソルビタン、エチレングリコール、プロピレングリコール、

蔗糖、ペンタエリスリトール、トリメチロールプロパン、ポリグリセリン、ポリオキシエチレングリセリン、ポリオキシエチレンソルビタン、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等と上記炭素数8〜22の脂肪酸とのエステルが好ましい。これらのなかでも、特に、ペンタエリスリトールステアリン酸エステル、トリメチロールプロパンラウリン酸エステル、ジグリセリンステアリン酸エステル等が好ましく用いられる。

【0039】ポリオキシエチレン高級アルキルエーテルとしては、例えば、炭素数12〜22程度の高級アルコールにエチレンオキシド1〜20モル程度を付加してなるものが好ましい。ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルとしては、例えば、炭素数1〜18程度のアルキル基を有するフェノールにエチレンオキシド1〜20モル程度を付加してなるものが好ましい。

【0040】脂肪族炭化水素としては、流動パラフィン、合成パラフィン、クマロン樹脂、インデン樹脂、白色鉱油、石油樹脂、水素化石油樹脂、石油系ワックス、微晶ワックス、モンタンワックス、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、無臭軽質炭化水素等を挙げることができる。特に、本発明においては、これらのなかでも、数平均分子量400〜8000程度のポリエチレンワックスや数平均分子量200〜9000程度のポリプロピレンワックス等のポリオレフィンワックスや、水素化石油樹脂等が好ましく用いられる。

【0041】油脂としては、水添食用油脂、水添マシ油、水素化抹茶油、ぬか油等を挙げることができる。

【0042】また、高級脂肪酸アミドとしては、炭素数8〜22の脂肪酸アミド、エチレンビス脂肪酸アミド等を挙げることができる。ロジン誘導体としては、代表例として、ロジンエステルを挙げることができる。

【0043】特に、本発明によれば、上述した種々の結着剤のなかでも、ステアリン酸、ヘン酸、ダイマー酸、ステアラルコール、ペニシリン酸、2-ヘキシルデカノール、2-オクタリドデカノール、2-デシルテトラデカノール、パルミステレート、オクタステレート、クエン酸、リンゴ酸、コハク酸、アジピン酸、ブタンテトラカルボン酸、クエン酸モノ、又はトリステアリルエステル、リンゴ酸モノステアリルエステル、アセチルケン酸トリブチル、2-エチルヘキシルアジペート、オクタリドアジペート、ジイソニルアジペート、ラウリンアジペート、ぬか油、ペンタエリスリトールステアリン酸エステル、トリラウリン酸エステル、ジグリセリンステアリン酸エステル、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、水素化石油樹脂、グリセリンモノステアレート、グリセリンモノラウレート等のモノグリセリド類、エルカ酸アミド、ステアリン酸アミド、オレイン酸アミド等が好ましく用いられる。

【0044】本発明において、造核剤100重量部に対して、結着剤を10重量部以上、好ましくは、15重量

部以上の範囲で用いることによって、造核剤と金属ケテンと共に回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合することによって、同時に顆粒状に粒状化することができる。しかし、造核剤100重量部に対して、結着剤が10重量部よりも少ないときは、造核剤と金属ケテンとを顆粒状に粒状化し難い。他方、結着剤を100重量部よりも多く用いても、粒状化に更なる効果はみられないほか、不経済でもある。従って、本発明においては、結着剤は、通常、造核剤100重量部に対して、10〜100重量部、好ましくは、15〜80重量部の範囲で用いられる。

【0045】本発明によれば、造核剤と金属ケテンと結着剤を回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合することによって、同時に顆粒状に粒状化することができる。このような高速固体混合機としては、例えば、ヘンシェルミキサーが好ましく用いられる。回転羽根の回転数は、目的とする顆粒の粒径にもよるが、通常、500〜3000rpmの範囲とすればよく、好ましくは、1000〜2500rpmの範囲である。通常、500rpmよりも小さい回転速度で予備混合することが好ましい。

【0046】本発明においては、顆粒状造核剤組成物の平均粒径は、通常、50μmから2mmの範囲であり、好ましくは、150μmから1mmの範囲であり、このような平均粒径を有する顆粒状造核剤組成物をポリオレフィン樹脂に配合し、例えば、押出機を用いて、溶融混練することによって、造核剤の粉末をポリオレフィン樹脂に配合し、溶融混練して分散させる場合に比べて、均一に分散させることができ、従って、得られるポリオレフィン樹脂組成物はすぐれた強度を有する。

【0047】本発明において、ポリオレフィン樹脂としては、エチレン、プロピレン、ブテン、ペンテン、ヘキセン、4-メチルペンテン、ヘプテン、オクテン等のα-オレフィンの単重合体や共重合体、これらのα-オレフィン単位が50重量%以上であるその他の単量体と共重合体、例えば、酢酸ビニルのようなビニルエステル、アクリル酸、メタクリル酸、無水マレイン酸等の重合性二重結合を有する不飽和酸やそのエステル、アミド等の誘導体と共重合体等を挙げることができる。

【0048】具体的には、例えば、低、中又は高密度ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン-1、エチレン-プロピレンランダム共重合体、エチレン-プロピレンブロック共重合体、エチレン-プロピレン-ブテン共重合体、エチレン-ブテン共重合体、エチレン-4-メチルペンテン共重合体、プロピレン-ヘキセン共重合体、プロピレン-ヘキセン-ブテン共重合体等を挙げることができる。

【0049】本発明によるポリオレフィン樹脂組成物は、上述したようなポリオレフィン樹脂100重量部に対して、顆粒状造核剤組成物を造核剤換算にて0.005〜

重量部の範囲で配合してなるものであり、このような樹脂組成物は、ポリオレフィン樹脂に前記顆粒状造核剤組成物を配合し、例えば、押出機を用いて溶融混練することによって得ることができる。ポリオレフィン樹脂100重量部に対して、顆粒状造核剤組成物の配合割合が造核剤換算にて0.005重量部よりも少ないときは、造核剤の効果が不十分であるので、得られるポリオレフィン樹脂組成物において、剛性の向上を得ることができない。他方、ポリオレフィン樹脂100重量部に対して、顆粒状造核剤組成物の配合割合が造核剤換算にて5重量部を越えて配合しても、得られるポリオレフィン樹脂組成物において、剛性の更なる向上を得ることができず、また、不経済でもある。

【0050】本発明によるポリオレフィン樹脂組成物には、上記造核剤のほか、必要に応じて、酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、顔料、充填剤、難燃剤、滑剤、加工助剤等を適宜に配合してもよい。

【0051】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれら実施例により何ら限定されるものではない。

【0052】実施例1

(顆粒状造核剤組成物の製造) 表1に示すように、p-tertブチル安息香酸アルミニウム100重量部にステアリン酸カルシウム20重量部とステアリン酸モノグリセリド15重量部を配合し、ヘンシェルミキサーに投入して、回転羽根の回転数を500rpmとして予備混合を行なった後、回転羽根の回転数を1800rpmとして、攪拌混合しつつ、平均粒径350 $\mu$ mの顆粒状に粒状化した。

【0053】(ポリプロピレン樹脂組成物の調製) この顆粒状造核剤組成物を1000ppmとなるようにポリプロピレン(エチレン-プロピレンブロック共重合体、温度230℃、荷重2.16kgf)におけるメルトフローレート8g/(10分)10kgに配合し、単軸押出機(シリンダ温度200℃)を用いて溶融混練し、ベレットに押出成形した。

【0054】(ポリプロピレン樹脂組成物における造核剤の分散性の評価) 次に、押出機のプルーアプレート前の80メッシュのスクリーンに白色の異物が付着しているかどうかを目視にて観察して、造核剤の分散性を評価した。異物がないか、又は僅かに認められるときを○、異物が認められるときを△、スクリーンの全面に異物の付着があるときを×とした。結果を表1に示す。

【0055】(ポリプロピレン樹脂組成物の引張強さの

測定) 上記ベレットを射出成形機(シリンダ温度250℃、金型温度50℃)にて引張試験片(JIS 2号形)を成形し、JIS K 7113に従って引張強さを測定した。また、上記と同様にして、同一の引張試験片を成形し、その平行部分を用いて、JIS K 7116に従って、曲げ弾性率を測定した。測定は、いずれについても5回行なって、それらの引張強さと曲げ弾性率のうち、それぞれ最大と最小のものを除いた3点の平均値で示す。結果を表1に示す。

【0056】実施例2～16

表1及び表2に示すように、造核剤に金属石ケンと結着剤を配合し、実施例1と同様にして、平均粒径250～500 $\mu$ mの顆粒状に粒状化した。このようにして調製した顆粒状造核剤組成物をそれぞれ用いて、実施例1と同様にして、ポリプロピレン樹脂組成物をベレットに押出成形して、樹脂組成物における造核剤の分散性を評価し、更に、実施例1と同様にして、上記ベレットを引張試験片(JIS 2号形)に成形して、引張強さと曲げ弾性率とを測定した。結果を表1及び表2に示す。

【0057】比較例1及び2

表2に示すように、造核剤に金属石ケンと結着剤を配合し、実施例1と同様にして、平均粒径250 $\mu$ mの顆粒状に粒状化した。このようにして調製した顆粒状造核剤組成物をそれぞれ用いて、実施例1と同様にして、ポリプロピレン樹脂組成物をベレットに押出成形して、樹脂組成物における造核剤の分散性を評価し、更に、実施例1と同様にして、上記ベレットを引張試験片(JIS 2号形)に成形し、引張強さと曲げ弾性率とを測定した。結果を表2に示す。

【0058】比較例3

p-tertブチル安息香酸アルミニウム100重量部とステアリン酸カルシウム60重量部とをそれぞれ粉末のまま、p-tertブチル安息香酸アルミニウムが1000ppmとなるようにポリプロピレン(エチレン-プロピレンブロック共重合体、温度230℃、荷重2.16kgf)におけるメルトフローレート8g/(10分)10kgに配合し、単軸押出機(シリンダ温度200℃)を用いて溶融混練し、ベレットに押出成形して、樹脂組成物における造核剤の分散性を評価し、更に、実施例1と同様にして、上記ベレットを引張試験片(JIS 2号形)に成形し、引張強さと曲げ弾性率とを測定した。結果を表2に示す。

【0059】

【表1】

11

12

	実 施 例									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
顆粒状造核剤組成物の配合 (重量部)										
造核剤										
p-tert-ブチル安息香酸アルミニウム	100	100	100	100	100				50	100
有機リン酸エステル金属塩A <sup>1)</sup>						100			50	
有機リン酸エステル金属塩B <sup>2)</sup>							100			
安息香酸ナトリウム								100		
金属石ケン										
ステアリン酸カルシウム	20	30	25	60	15	60	60	60	60	
ステアリン酸マグネシウム										60
ステアリン酸リチウム										
バインダー										
ステアリン酸モノグリセリド	15	60	25	30	20	30	30	30	30	30
牛脂硬化油										
ステアリアルアルコール										
ポリプロピレンワックス <sup>3)</sup>										
樹脂組成物										
造核剤の分散性	△	○	△	○	△	○	△	○	○	○
引張強さ (kgf/mm <sup>2</sup> )	2.7	2.9	2.8	2.9	2.8	3.1	3.0	2.6	3.0	3.0
曲げ弾性率 (kgf/mm <sup>2</sup> )	108.3	109.2	109.7	110.1	107.9	109.9	110.2	108.5	110.2	109.6

(注) 1) ナトリウム 2,2'-メチレンビス (4,6-ジ-tert-ブチルフェニル) ホスフェート

2) ナトリウム ビス (4-tert-ブチルフェニル) ホスフェート

3) 分子量7000、融点140℃

【0060】

\* \* 【表2】

	実 施 例						比 較 例		
	11	12	13	14	15	16	1	2	3
顆粒状造核剤組成物の配合 (重量部)									
造核剤									
p-tert-ブチル安息香酸アルミニウム	100	100	100	100	100	100	100	100	100
有機リン酸エステル金属塩A <sup>1)</sup>									
有機リン酸エステル金属塩B <sup>2)</sup>									
安息香酸ナトリウム									
金属石ケン									
ステアリン酸カルシウム			30	60	60	60	30	5	60
ステアリン酸マグネシウム			30						
ステアリン酸リチウム	60								
バインダー									
ステアリン酸モノグリセリド	30	30				15	5	30	
牛脂硬化油			30						
ステアリアルアルコール				30					
ポリプロピレンワックス <sup>3)</sup>					30	15			
樹脂組成物									
造核剤の分散性	○	○	○	△	△	△	×	×	×
引張強さ (kgf/mm <sup>2</sup> )	2.9	2.9	2.8	2.8	2.7	2.8	2.3	2.1	1.9
曲げ弾性率 (kgf/mm <sup>2</sup> )	108.4	108.7	109.2	109.5	109.7	109.7	104.2	103.8	98.1

(注) 1) ナトリウム 2,2'-メチレンビス (4,6-ジ-tert-ブチルフェニル) ホスフェート

2) ナトリウム ビス (4-tert-ブチルフェニル) ホスフェート

3) 分子量7000、融点140℃

【0061】比較例1による顆粒状造核剤組成物は、造核剤に対して結着剤の割合が少ないので、均一な顆粒状の粒状化を得ることができず、得られる組成物はポリオレフィン樹脂への分散が十分でなく、剛性にすぐれるポリオレフィン樹脂と与えない。比較例2による顆粒状※50

※造核剤組成物は、造核剤に対して金属石ケンの割合が少ないので、得られる組成物はポリオレフィン樹脂への分散が十分でなく、剛性にすぐれるポリオレフィン樹脂と与えない。

【0062】他方、比較例3は、造核剤と金属石ケン

微粉末のまま、ポリオレフィン樹脂に加え、溶融混練し、ペレットに成形したものであって、造核剤がポリオレフィン樹脂中に均一に分散しておらず、従って、得られる樹脂組成物は、剛性において劣るものである。

【0063】

【発明の効果】以上のように、本発明による顆粒状造核剤組成物は、造核剤と金属石ケンと結着剤とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に上記結着剤を軟化させて顆粒状に粒状化してなる組成物であって、これをポリオレフィン樹脂に配合し、溶融混練すること

によって、造核剤を粉末のまま、ポリオレフィン樹脂に配合し、溶融混練する場合に比べて、階段に均一に分散させることができる。

【0064】従って、このようにして得られるポリオレフィン樹脂組成物は、造核剤を粉末のまま、ポリオレフィン樹脂に配合してなる樹脂組成物に比べて、剛性の改善の効果が著しく高く、また、樹脂に同じ性能を与えるために必要とされる造核剤の配合量を低減することができるので、樹脂組成物の製造費用の低減を実現することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 辻本 英雄  
大阪府堺市戎島町5丁1番地 堺化学工業  
株式会社内

Fターム(参考) 4J002 AE032 AE042 AE052 AF022  
BA012 BB031 BB032 BB041  
BB051 BB061 BB071 BB081  
BB091 BB101 BB121 BB122  
BB141 BB151 BB171 BP021  
CH022 DJ046 EA018 EC068  
EF008 EF018 EG027 EG037  
EG047 EG076 EH038 EH048  
EH058 EH088 EH148 EP008  
EW046 FD202 FD208



**Disclaimer:**

This English translation is produced by machine translation and may contain errors. The JPCO, the INPIT, and those who drafted this document in the original language are not responsible for the result of the translation.

**Notes:**

1. Untranslatable words are replaced with asterisks (\*\*\*\*).
2. Texts in the figures are not translated and shown as it is.

Translated: 00:46:59 JST 03/31/2009

Dictionary: Last updated 03/23/2009 / Priority:

**[Document Name]Abstract****[Abstract]**

**[Technical problem]** It is in providing the granulation-like nucleating agent constituent which can improve the rigidity of the polyolefin resin which is excellent in the dispersibility to the polyolefin resin of a nucleating agent, therefore is obtained, and the polyolefin resin constituent which blends this.

**[Means for Solution]** A granulation-like nucleating agent constituent which ten to metal soap 100 weight section and the melting point mix ten or more weight sections of binders which consist of an organic compound lower than metal soap with a high-speed solid mixer provided with a moving vane to nucleating agent 100 weight section, and is made to soften the above-mentioned binder and is granulated in the shape of granulation.

**[Chosen drawing]** Nothing

**Disclaimer:**

This English translation is produced by machine translation and may contain errors. The JPO, the INPIT, and those who drafted this document in the original language are not responsible for the result of the translation.

**Notes:**

1. Untranslatable words are replaced with asterisks (\* \*\*).
2. Texts in the figures are not translated and shown as is.

Translated: 00:47:52 JST 03/31/2009

Dictionary Last updated 03/23/2009 / Priority:

**[Document Name]Description**

**[Title of the Invention]**A granulation-like nucleating agent constituent and a polyolefin resin constituent which blends this

**[Claim(s)]**

**[Claim 1]**A granulation-like nucleating agent constituent which consists of ten or more weight sections of binders which consist of an organic compound in which ten to metal soap 100 weight section and the melting point are lower than metal soap to nucleating agent 100 weight section.

**[Claim 2]**A granulation-like nucleating agent constituent which ten to metal soap 100 weight section and the melting point mix ten or more weight sections of binders which consist of an organic compound lower than metal soap with a high-speed solid mixer provided with a moving vane to nucleating agent 100 weight section, and is made to soften the above-mentioned binder and is granulated in the shape of granulation.

**[Claim 3]**The granulation-like nucleating agent constituent according to claim 1 or 2 which is at least one sort as which a nucleating agent is chosen from organophosphate ester metal salt and aromatic-carboxylic-acid metal salt.

[Claim 4]The granulation-like nucleating agent constituent according to claim 3 whose organophosphate ester metal salt is alkali metal salt.

[Claim 5]The granulation-like nucleating agent constituent according to claim 4 whose organophosphate ester metal salt is lithium salt, potassium salt, or sodium salt.

[Claim 6]The granulation-like nucleating agent constituent according to claim 3 whose aromatic-carboxylic-acid metal salt is alkali metal salt.

[Claim 7]The granulation-like nucleating agent constituent according to claim 3 whose aromatic-carboxylic-acid metal salt is sodium salt.

[Claim 8]The granulation-like nucleating agent constituent according to claim 3 whose aromatic-carboxylic-acid metal salt is aluminum salt.

[Claim 9]The granulation-like nucleating agent constituent according to any one of claims 6 to 8 whose aromatic-carboxylic-acid metal salt is benzoic acid metal salt.

[Claim 10]The granulation-like nucleating agent constituent according to any one of claims 1 to 9 which has the average particle diameter of the range of 2 mm from 50 micrometers.

[Claim 11]A polyolefin resin constituent which blends 0.005 to 5 weight section with polyolefin resin 100 weight section for the granulation-like nucleating agent constituent according to any one of claims 1 to 10 by nucleating agent conversion.

[Claim 12]The polyolefin resin constituent according to claim 11 whose polyolefin resin is polyethylene or polypropylene.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the polyolefin resin constituent which blends the granulation-like nucleating agent constituent and such a granulation-like nucleating agent constituent which can make polyolefin resin distribute a nucleating agent uniformly.

[0002]

[Description of the Prior Art] It is already known well that polyolefin resin, such as polyethylene, polypropylene, and poly BUTEN, will blend a nucleating agent with resin when fabricating for the purpose of improvement in a molding cycle, improvement of the rigidity of a molded product, etc. since the crystallization speed after hot forming is slow.

[0003] Conventionally, as a nucleating agent, phosphorous acid ester alkali metal salt, aromatic-carboxylic-acid metal salt, etc. are known, for example. Such a nucleating agent is usually powder.

When blending with polyolefin resin especially, it is called for that it is fine powder so that it may excel in dispersibility.

[0004] However, if a nucleating agent is used as fine powder, a secondary aggregation will happen easily and it will be inferior to dispersibility on the contrary, and also it is generated by particulates at the time of work, work environment is worsened, and there is fear of dust explosion. It condenses at the time of storage, and caking and blocking are caused, or bridging is started at the time of a transfer, and there is also a problem which has a bad influence on productivity.

[0005]Then, additive agents, such as stabilizer and lubricant, are added to a nucleating agent, a pellet with high concentration of a nucleating agent is manufactured, and blending this with resin is also already proposed. However, although, as for the nucleating agent constituent fabricated on the pellet in this way, there is an effect in the measure against a particulate, dispersibility is still inferior.

The process of a pellet for manufacturing this is long, and it causes a cost rise.

[0006]

[Problem to be solved by the invention]This invention was made in order to solve a problem in granulation of the conventional nucleating agent which was mentioned above, and it is \*\*\*\*.

The purpose is to provide the granulation-like nucleating agent constituent which can improve the rigidity of the polyolefin resin which is excellent in the dispersibility to the polyolefin resin of \*\*, therefore is obtained, and the polyolefin resin constituent which blends this.

[0007]

[Means for solving problem]According to this invention, the granulation-like nucleating agent constituent which consists of ten or more weight sections of binders which consist of an organic compound in which ten to metal soap 100 weight section and the melting point are lower than metal soap is provided to nucleating agent 100 weight section.

[0008]According to this invention, nucleating agent 100 weight section is received especially, Ten to metal soap 100 weight section and the melting point mix ten or more weight sections of binders which consist of an organic compound lower than metal soap with the high-speed solid mixer provided with the moving vane, and the above-mentioned binder is softened and the granulation-like nucleating agent constituent granulated in the shape of granulation is provided.

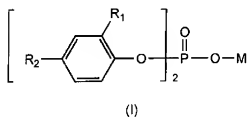
[0009]

[Mode for carrying out the invention]As long as the nucleating agent used in this invention begins talc and is generally used for polyolefin resin as a nucleating agent from before, any may be sufficient as it, but it is at least one sort chosen from organophosphate ester metal salt and aromatic-carboxylic-acid metal salt preferably.

[0010]The organophosphate ester metal salt used in this invention is general formula (I) preferably.

[0011]

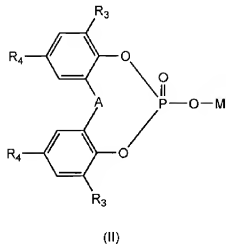
[Chemical formula 1]



[0012](R<sub>1</sub> and R<sub>2</sub> show the alkyl group of a hydrogen atom or the carbon numbers 1-9 among a formula, respectively, and M shows an alkaline metal.) -- or general formula (II)

[0013]

[Chemical formula 2]



[0014](R<sub>3</sub> and R<sub>4</sub> show the alkyl group of a hydrogen atom or the carbon numbers 1-9 among a formula, respectively, A shows the alkylidene group of the carbon numbers 1-5, and M shows an alkaline metal.) -- it is expressed.

[0015]In the organophosphate ester metal salt denoted by the above-mentioned general formula (I) and (II), as for alkaline metal M, it is preferred that they are lithium, potassium, or sodium, and it is especially preferred that it is sodium.

[0016][ in the organophosphate ester metal salt denoted by the above-mentioned general formula (I) or (II) ] [ as an example of an alkyl group denoted by R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, or R<sub>4</sub> ] For example, methyl, ethyl, propyl, isopropyl, s-butyl, t-butyl, isobutyl, Amir, t-Amir, hexyl, HEPUCHIRU, octyl, iso octyl, t-octyl, 2-ethylhexyl, NONIRU, etc. can be mentioned. As an alkylidene group denoted by A, a methylene machine, an ECHIRIDEN machine, a pro PIRIDEN machine, or a butylidene machine can be mentioned, for example.

[0017]Therefore, [ as a desirable example of organophosphate ester metal salt denoted by the above-mentioned general formula (I) ] For example, sodium bis(4-t-buthylphenyl)phosphate, Sodium bis(4-t-AMIRU phenyl)phosphate, sodium bis(4-t-octyl phenyl)phosphate, Sodium bis (2,4-di-tert-butylphenyl) phosphate, lithium bis(2,4-di-tert-butylphenyl) phosphate, etc. can be mentioned.

[0018][ as a desirable example of organophosphate ester metal salt denoted by the above-mentioned general formula (II) ] For example, the sodium 2, 2'-methylene bis(4-methyl 6-t-buthylphenyl)phosphate, The sodium 2, 2'-methylene bis(4, 6-G t-buthylphenyl)phosphate, The lithium 2, 2'-methylene bis(4, 6-G t-buthylphenyl)phosphate, Sodium 2, and 2'-ECHIRIDEMBISU (4, 6-G t-buthylphenyl) phosphate and lithium 2 and 2'-ECHIRIDEMBISU (4, 6-G t-buthylphenyl) phosphate etc. can be mentioned.

[0019]According to this invention, the organophosphate ester metal salt denoted by the above-mentioned general formula (I) or (II) is independent, or is used as two or more sorts of mixtures. The aromatic-carboxylic-acid metal salt used in this invention is general formula (III) preferably.

[0020]

[Chemical formula 3]



(III)

[0021](R<sub>5</sub> shows the alkyl group of a hydrogen atom and the carbon numbers 1-9, or the



alkoxyl group of the carbon numbers 1-9 among a formula, M shows an alkaline metal or aluminum and n shows the number of \*\* of the metal M.) -- it is benzoic acid metal salt expressed (substitution).

[0022]In the benzoic acid metal salt denoted by the above-mentioned general formula (III) (substitution), as for alkaline metal M, it is preferred that they are lithium, potassium, or sodium, and it is especially preferred that it is sodium.

[0023][ as an example of an alkyl group denoted by  $R_5$  ] For example, methyl, ethyl, propyl, isopropyl, s-butyl, t-butyl, Isobutyl, Amir, t-Amir, hexyl, HEPUCHIRU, octyl, Iso octyl, t-octyl, 2-ethylhexyl, NONIRU, etc. can be mentioned, and the alkoxyl group corresponding to the above-mentioned alkyl group can be mentioned in a similar manner as an example of an alkoxyl group denoted by  $R_5$ , for example.

[0024]According to this invention, as for benzoic acid (substitution) metal salt, it is preferred that they are sodium salt or aluminum salt, and it is preferred especially that they are sodium benzoate (substitution) salt or aluminum salt.

[0025]Therefore, sodium salt and aluminum salt, such as benzoic acid, p-t-butyl benzoic acid, and p-methoxybenzoic acid, can be mentioned, for example as a desirable example of the above-mentioned (substitution) sodium benzoate salt or aluminum salt.

[0026]According to this invention, to such nucleating agent 100 weight section, ten to metal soap 100 weight section combines, and is used. Metal soap is useful although the dispersibility of the nucleating agent to polyolefin resin is improved. To nucleating agent 100 weight section, when there are few rates of metal soap than ten weight sections, the dispersibility to the polyolefin resin of a nucleating agent is not enough, and the polyolefin resin constituent which is excellent in rigidity cannot be obtained by extension. On the other hand, even if it uses metal soap to nucleating agent 100 weight section exceeding 100 weight sections, the dispersibility of a nucleating agent is not improved further.

[0027]In this invention, the above-mentioned metal soap is aluminum salt, zinc salt besides alkaline-earth-metals salt, such as alkali metal salt, such as lithium of fatty acid of the carbon numbers 8-22, potassium, and sodium, calcium, magnesium, etc. preferably. Saturated fatty acid or unsaturated fatty acid may be sufficient as the above-mentioned fatty acid, and straight chain shape or branched-chain may be sufficient as it, and it may have a hydroxyl group and a carbonyl group in the molecule. Although the melting point in particular is not limited, according to this invention, it mixes with the high-speed solid mixer provided with the moving vane, and the thing in the range of 100-250 °C is usually preferred so that it may be easy to granulate in the shape of granulation.

[0028]Therefore, the above-mentioned metal salt, such as 2-ethylhexanoic acid, lauric acid, pulmitic acid, stearic acid, behenic acid, oleic acid, linoleic acid, ricinoleic acid, and 12-hydroxy stearic acid, can be mentioned as an example of such metal soap, for example. Especially in these, stearic acid is preferred. Especially metal salt has calcium salt or preferred magnesium salt.

[0029]The granulation-like nucleating agent constituent by this invention preferably, [ by mixing ten or more weight sections of binders which become nucleating agent 100 weight section from the organic compound in which the melting point is lower than the ten to metal soap 100 above-mentioned weight section, and this metal soap with the high-speed solid mixer provided with the moving vane ] It is a constituent which softens the above-mentioned binder and granulates these nucleating agents, metal soap, and a binder in the shape of granulation.

[0030]Since it is for the above-mentioned binder granulating a nucleating agent and metal soap in the shape of granulation collectively in this way in this invention, if it has the melting point lower than the melting point of the metal soap to be used, can use various organic compounds, without being limited especially, but. However, a binder usually has the melting point 200 °C or less and a preferred thing which has the about 50-150 °C melting point preferably.

[0031]As such a binder, for example Therefore, higher fatty acid, higher alcohol, The polyvalent carboxylic acid which may have polypropylene glycol, aliphatic alkylester, and a hydroxyl group, and its ester, Polyhydric alcohol fatty acid ester, polyoxy ethylene high-class

alkyl ether, polyoxyethylene alkyl phenyl ether, aliphatic hydrocarbon, oil and fats, higher-fatty-acid amide, rosin, its derivative, etc. can be mentioned.

[0032]as the above-mentioned higher fatty acid -- the carbon numbers 14-40 -- preferably, the saturation or unsaturated fatty acid of 16-24 is preferred, and stearic acid, isostearic acid, behenic acid, dimer acid, etc. can be mentioned as an example, for example.

[0033]as higher alcohol -- the carbon numbers 8-40 -- preferably, The straight chain shape of 16-24, branched-chain saturation, or unsaturated fatty alcohol is preferred, and stearyl alcohol, behenyl alcohol, 2-ethylhexyl alcohol, 2-octyl dodeca NORU, 2-DESHIRUTETORADEKANORU, etc. can be mentioned as an example, for example.

[0034]As for polypropylene glycol, an about 400 to 7000-molecular weight thing is used preferably.

[0035]as aliphatic alkylester -- the carbon numbers 8-22 -- preferably, The saturation of 14-18 or unsaturated fatty acid, the straight chain shape of the carbon numbers 4-22, or ester with branched-chain saturated fat fellows alcohol is preferred, and can mention butyl stearate, octyl stearate, etc. as an example, for example.

[0036][ as the polyvalent carboxylic acid which may have a hydroxyl group, and its ester ] For example, the saturation of polyvalent carboxylic acid, such as with a carbon number of about two to 18 JI which may have a hydroxyl group, a bird, or tetracarboxylic acid, and the carbon numbers 2-22 or ester with unsaturated fatty alcohol especially mono-<sup>\*\*</sup> JI, or triester is preferred. As an example of polyvalent carboxylic acid in which it may have a hydroxyl group, succinic acid, citrate, malic acid, ASECHIRU citrate, adipic acid, sebacic acid, hexahydrophthalic acid, butane tetracarboxylic acid, etc. can be mentioned, for example. On the other hand, [ as the saturation or unsaturated fatty alcohol of the above-mentioned carbon numbers 2-22 ] For example, butanol, 2-ethylhexyl alcohol, iso nonyl alcohol, lauryl alcohol, stearyl alcohol, oleyl alcohol, cetyl alcohol, behenyl alcohol, n-octyl alcohol, etc. can be mentioned.

[0037]Therefore, [ as an example of the ester of polyvalent carboxylic acid which may have such a hydroxyl group ] For example, malic acid mono-stearyl, citrate mono-\*\* JI or Triste allyl ester, ASECHIRU tributyl citrate, 2-ethylhexyl horse mackerel PETO, n-octyl horse mackerel PETO, diisononyl horse mackerel PETO, lauryl horse mackerel PETO, etc. can be mentioned.

[0038]All the ester may be sufficient, partial ester may be sufficient as polyhydric alcohol fatty acid ester, and its ester of polyhydric alcohol of 2 - 6 value and fatty acid of the carbon numbers 8-22 is preferred. Especially Mono-\*\* JI or triester of glycerin and the above-mentioned fatty acid, these acetylation things, etc. Sorbitan, ethylene glycol, propylene glycol, sucrose, PENTA erythritol, The ester of TORIMECHI roll propane, polyglycerin, polyoxy ethylene glycerin, polyoxy ethylene sorbitan, polyethylene glycols, polypropylene glycol, etc. and fatty acid of the above-mentioned carbon numbers 8-22 is preferred. Also in these, PENTA erythritol stearic acid ester, TORIMECHI roll propane laurate ester, Gigli serine stearic acid ester, etc. are used especially preferably.

[0039]As polyoxy ethylene high-class alkyl ether, what adds about 1-20 mol of ethylene oxides to with a carbon number of about 12 to 22 higher alcohol, for example is preferred. What adds about 1-20 mol of ethylene oxides to the phenol which has a with a carbon number of about one to 18 alkyl group as polyoxyethylene alkyl phenyl ether, for example is preferred.

[0040]As aliphatic hydrocarbon, a liquid paraffin, synthetic paraffine, coumarone resin, Indene resin, white mineral oil, petroleum resin, hydrogenation petroleum resin, oil system wax, fine \*\* wax, a montan wax, polyethylene wax, polypropylene wax, no odor light hydrocarbon, etc. can be mentioned. In particular, in this invention, polyolefin wax, hydrogenation petroleum resin, etc., such as with a number average molecular weight of about 400 to 8000 polyethylene wax and with a number average molecular weight of about 200 to 9000 polypropylene wax, are preferably used also in these.

[0041]As oil and fats, \*\*\*\* edible fat and oil, \*\*\*\* castor oil, hydrogenation sperm whale oil, \*\*, wax, etc. can be mentioned.

[0042]As higher-fatty-acid amide, the fatty acid amide of the carbon numbers 8-22, ethylene screw fatty acid amide, etc. can be mentioned. As a rosin derivative, rosin ester can be mentioned as an example of representation.

[0043]According to this invention, also in various binders mentioned above especially Stearic acid, Behenic acid, dimer acid, stearyl alcohol, behenyl alcohol, 2-hexyl DEKANORU, 2-octyl dodeca NORU, 2-DESHIRUTETORADEKANORU, Butyl stearate, octyl stearate, citrate, malic acid, Succinic acid, adipic acid, butane tetracarboxylic acid, citrate mono-<sup>22</sup> JI, or Triste allyl ester, Malic acid mono-stearyl ester, ASECHIRU tributyl citrate, 2-ethylhexyl horse mackerel PETO, Octyl horse mackerel PETO, diisononyl horse mackerel PETO, lauryl horse mackerel PETO, <sup>22</sup>, wax, PENTA erythritol stearic acid ester, bird laurate ester, Monoglyceride, such as Gigli serine stearic acid ester, polyethylene wax, polypropylene wax, hydrogenation petroleum resin, glycerol monostearate, and glycerine monolaurate, erucic acid amide, octadecanamide, oleic amide, etc. are used preferably.

[0044]In this invention, it can granulate in the shape of granulation simultaneously to nucleating agent 100 weight section by mixing with a nucleating agent with the high-speed solid mixer provided with the moving vane with metal soap by using preferably ten or more weight sections of binders in 15 or more weight sections. However, to nucleating agent 100 weight section, when there are few binders than ten weight sections, it is hard to granulate a nucleating agent and metal soap in the shape of granulation. On the other hand, even if it uses more binders than 100 weight sections, the further effect is not seen by granulation and also it is also uneconomical to it. Therefore, in this invention, a binder is usually preferably used in the range of 15 to 80 weight section ten to 100 weight section to nucleating agent 100 weight section.

[0045]According to this invention, it can granulate in the shape of granulation simultaneously by mixing a binder with a nucleating agent and metal soap with the high-speed solid mixer provided with the moving vane. As such a high-speed solid mixer, the Henschel mixer is used preferably, for example. Although the number of rotations of a moving vane is based also on the particle diameter of the granulation made into the purpose, it should just consider it as the range of 500-3000 rpm, and the range of it is usually 1000-2500 rpm preferably. Usually, it is preferred to carry out preliminary mixture with revolving speed smaller than 500 rpm.

[0046]In this invention, [ the average particle diameter of a granulation-like nucleating agent constituent ] Usually, from 50 micrometers, are the range of 2 mm and preferably, [ by blending with polyolefin resin the granulation-like nucleating agent constituent which the range of is 1 mm from 150 micrometers, and has such average particle diameter for example, carrying out melt kneading using an extrusion machine ] Compared with the case where blend the powder of a nucleating agent with polyolefin resin, carry out melt kneading, and it is distributed, the polyolefin resin constituent which can distribute uniformly, therefore is obtained has the outstanding intensity.

[0047]In this invention, [ as polyolefin resin ] Ethylene, propylene, BUTEN, a pen ten, HEKISEN, 4-methyl pen ten, The independent polymer of alpha-OREFIN, such as HEPUTEN and OKUTEN, a copolymer, a copolymer with the monomer of others in which these alpha-OREFIN units are 50 weight % or more, For example, a copolymer with the discordant acid which has polymerization nature double bonds, such as vinyl ester like acetic acid vinyl, acrylic acid, methacrylic acid, and a maleic anhydride, or derivatives, such as the ester and amide, etc. can be mentioned.

[0048]Specifically, for example The inside of low \*\* or high-density polyethylene, polypropylene, Poly \*\*\*\*\*- 1, an ethylene propylene random copolymer, an ethylene propylene block copolymer, An ethylene propylene butene copolymer, an ethylene butene copolymer, an ethylene 4-methyl pen ten copolymer, a propylene hexene copolymer, a propylene \*\*\*\*\*-butene copolymer, etc. can be mentioned.

[0049]The polyolefin resin constituent by this invention is what blends said granulation-like nucleating agent constituent with polyolefin resin 100 weight section which was mentioned above in the range of 0.005 to 5 weight section by nucleating agent conversion, Such a resin composition can be obtained by blending said granulation-like nucleating agent constituent with polyolefin resin, for example, carrying out melt kneading using an extrusion machine. To polyolefin resin 100 weight section, since the effect of a nucleating agent is insufficient when there are few combination rates of a granulation-like nucleating agent constituent at nucleating agent conversion than 0.005 weight sections, rigid improvement cannot be obtained in the polyolefin resin constituent obtained. On the other hand, even if the combination rate of a granulation-like nucleating agent constituent blends to polyolefin resin 100 weight section

exceeding five weight sections by nucleating agent conversion, in the polyolefin resin constituent obtained, the further rigid improvement cannot be obtained and it is also uneconomical.

[0050]An antioxidant, an ultraviolet ray absorbent, a spray for preventing static electricity, paints, a bulking agent, fire retardant, lubricant, processing aid, etc. other than the above-mentioned nucleating agent may be suitably blended with the polyolefin resin constituent by this invention if needed.

[0051]

[Working example]Although a work example is given to below and this invention is explained to it, this invention is not limited at all by these work examples.

[0052]As shown in the work-example 1 (manufacture of a granulation-like nucleating agent constituent) table 1, calcium stearate 20 weight section and stearic acid monoglyceride 15 weight section are blended with p-t-butyl-benzoic-acid aluminum 100 weight section, It granulated with an average particle diameter of 350 micrometers in the shape of granulation, the number of rotations of the moving vane having been 1800 rpm, and carrying out churning mixture, after having supplied to the Henschel mixer, and the number of rotations of the moving vane having been 500 rpm and performing preliminary mixture.

[0053](Manufacture of a polypropylene resin composition) this granulation-like nucleating agent constituent is set to 1000 ppm -- as -- polypropylene (an ethylene propylene block copolymer.) It blended with melt flow rate 8g/10 minute 10kg in the temperature of 230 \*\*, and load 2.16kgf, melt kneading was carried out using the single axis extrusion machine (cylinder temperature of 200 \*\*), and extrusion molding was carried out to the pellet.

[0054]It observed visually whether the white foreign substance would have adhered to the screen of 80 meshes in front of (evaluation of the dispersibility of the nucleating agent in a polypropylene resin composition), next the breaker plate of an extrusion machine, and the

dispersibility of the nucleating agent was evaluated. The time of adhesion of a foreign substance being all over \*\* and a screen about the time of O and a foreign substance being accepted in the time of there being no foreign substance or accepting slightly was made into x. A result is shown in Table 1.

[0055](Measurement of the tensile strength of a polypropylene resin composition) The piece of a tensile test (JIS No. 2 type) was fabricated for the above-mentioned pellet with the injection molding machine (cylinder temperature of 250 \*\*, tool temperature of 50 \*\*), and tensile strength was measured according to JIS K 7113. Like the above, the same piece of a tensile test was fabricated and the rate of bending flexibility was measured according to JIS K 7116 using the parallel part. Measurement is performed 5 times about all and the average value of three points except the greatest and minimum thing shows among those tensile strength and rates of bending flexibility, respectively. A result is shown in Table 1.

[0056]As shown in two to work-example 16 Table 1 and 2, metal soap and a binder were blended with the nucleating agent, and it granulated with an average particle diameter of 250-500 micrometers in the shape of granulation as well as the work example 1. Thus, it is made to be the same as that of the work example 1, using the prepared granulation-like nucleating agent constituent respectively, Extrusion molding of the polypropylene resin composition was carried out to the pellet, the dispersibility of the nucleating agent in a resin composition was evaluated, further, like the work example 1, the above-mentioned pellet was fabricated to the piece of a tensile test (JIS No. 2 type), and tensile strength and the rate of bending flexibility were measured. A result is shown in Table 1 and 2.

[0057]As shown in the comparative example 1 and the two tables 2, metal soap and a binder were blended with the nucleating agent, and it granulated with an average particle diameter of 250 micrometers in the shape of granulation as well as the work example 1. Thus, it is made to be the same as that of the work example 1, using the prepared granulation-like nucleating agent constituent respectively, Extrusion molding of the polypropylene resin composition was carried out to the pellet, the dispersibility of the nucleating agent in a resin composition was evaluated, further, like the work example 1, the above-mentioned pellet was fabricated to the piece of a tensile test (JIS No. 2 type), and tensile strength and the rate of bending flexibility were measured. A result is shown in Table 2.



[0058]Comparative example 3 p-t-butyl-benzoic-acid aluminum 100 weight section and calcium stearate 60 weight section, respectively With powder, p-t-butyl-benzoic-acid aluminum is set to 1000 ppm -- as -- polypropylene (an ethylene propylene block copolymer.) Blend with melt flow rate 8g/10 minute 10kg in the temperature of 230 \*\*, and load 2.16kgf, carry out melt kneading using a single axis extrusion machine (cylinder temperature of 200 \*\*), and extrusion molding is carried out to a pellet, The dispersibility of the nucleating agent in a resin composition was evaluated, further, like the work example 1, the above-mentioned pellet was fabricated to the piece of a tensile test (JIS No. 2 type), and tensile strength and the rate of bending flexibility were measured. A result is shown in Table 2.

[0059]

[Table 1]

	実 施 例									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
顆粒状造粒剤組成物の配合 (重量部)										
造粒剤										
p-tert-ブチル安息香酸アルミニウム	100	100	100	100	100	100	100	100	50	100
有機リン酸エステル金属塩A <sup>1)</sup>									50	
有機リン酸エステル金属塩B <sup>2)</sup>							100	100		
安息香酸ナトリウム										
金属石ケン										
ステアリン酸カルシウム	20	30	25	60	15	60	60	60	60	60
ステアリン酸マグネシウム										
ステアリン酸リチウム										
バインダー										
ステアリン酸モノグリセリド	15	60	25	30	20	30	30	30	30	30
牛脂硬化油										
ステアリルアルコール										
ポリプロピレンワックス <sup>3)</sup>										
樹脂組成物										
造粒剤の分散性	△	○	△	○	△	○	△	○	○	○
引張強さ (kgf/mm <sup>2</sup> )	2.7	2.9	2.8	2.9	2.8	3.1	3.0	2.6	3.0	3.0
曲げ弾性率 (kgf/mm <sup>2</sup> )	108.3	109.2	109.7	110.1	107.9	109.9	110.2	108.5	110.2	109.6

(注) 1) ナトリウム 2,2'-メチレンビス (4,6-ジ-tert-ブチルフェニル) ホスフェート

2) ナトリウム ビス (4-tert-ブチルフェニル) ホスフェート

3) 分子量7000、融点140℃

[0060]

[Table 2]

	実 施 例				比 較 例		
	11	12	13	14	15	16	17
顆粒状造核剤組成物の配合 (重量部)							
造核剤							
p-tert-ブチル安息香酸アルミニウム	100	100	100	100	100	100	100
有機リン酸エステル/金属塩A <sup>1)</sup>							
有機リン酸エステル/金属塩B <sup>2)</sup>							
安息香酸ナトリウム							
金属石ケン							
ステアリン酸カルシウム		30	60	60	60	60	60
ステアリン酸マグネシウム		30					
ステアリン酸リチウム	60						
バインダー							
ステアリン酸モノグリセリド	30	30	30			15	30
牛脂硬化油							
ステアリルアルコール			30	30	30		
ポリプロピレンワックス <sup>3)</sup>						15	
樹脂組成物							
造核剤の分散性	○	○	○	△	△	△	×
引張強さ (kg f/mm <sup>2</sup> )	2.9	2.9	2.8	2.8	2.7	2.8	2.1
曲げ弾性率 (kg f/mm <sup>2</sup> )	108.4	108.7	109.2	109.5	109.7	109.7	103.3

(注) 1) ナトリウム 2,2'-メチレンビス (4,6-ジ-tert-ブチルフェニル) ホスフェート

2) ナトリウム ビス (4-tert-ブチルフェニル) ホスフェート

3) 分子量7000、融点140℃

[0061] Since the granulation-like nucleating agent constituent by the comparative example 1

has few rates of a binder to a nucleating agent, the granular ghost of the shape of uniform granulation cannot be obtained, the constituent obtained does not have the enough distribution to polyolefin resin, and the polyolefin resin which is excellent in rigidity is not given. Since the granulation-like nucleating agent constituent by the comparative example 2 has few rates of metal soap to a nucleating agent, the constituent obtained does not have the enough distribution to polyolefin resin, and the polyolefin resin which is excellent in rigidity is not given.

[0062]On the other hand, the comparative example 3 is inferior in the resin composition which a nucleating agent and metal soap are added to polyolefin resin, and melt kneading is carried out, they are fabricated on a pellet with fine powder, and a nucleating agent does not distribute uniformly in polyolefin resin, therefore is obtained in rigidity.

[0063]

[Effect of the Invention][ as mentioned above the granulation-like nucleating agent constituent by this invention ] Mix a nucleating agent, metal soap, and a binder with the high-speed solid mixer provided with the moving vane, and are a constituent which is made to soften the above-mentioned binder and is granulated in the shape of granulation, blend this with polyolefin resin, and, [ by carrying out melt kneading ] with powder, it blends with polyolefin resin, and compared with the case where melt kneading is carried out, a nucleating agent can be boiled markedly and can be distributed uniformly.

[0064][ therefore the polyolefin resin constituent produced by doing in this way ] Since the loadings of the nucleating agent needed in order that the effect of an improvement of rigidity may give the same remarkable high and performance as resin can be reduced compared with the resin composition which blends a nucleating agent with polyolefin resin with powder, reduction of the manufacturing expenses of a resin composition is realizable.

[Translation done.]